WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM

INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

(51) Internationale Patentklassifikation 6:

B01J 19/00, B01F 13/08

(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 98/20965

A1

(43) Internationales

Veröffentlichungsdatum:

22. Mai 1998 (22.05.98)

(21) Internationales Aktenzeichen:

PCT/CH97/00431

(22) Internationales Anmeldedatum:

13. November 1997

(13.11.97)

(30) Prioritätsdaten:

2811/96

13. November 1996 (13.11.96) CH

(71)(72) Anmelder und Erfinder: DÖBELIN, Werner [CH/CH]; LabSource, Zihlackerstrasse 4, CH-4153 Reinach (CH).

(74) Anwalt: BRAUN, André; Braun & Partner, Reussstrasse 22, CH-4054 Basel (CH).

(81) Bestimmungsstaaten: AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CU, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, GB, GE, GH, HU, ID, IL, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZW, ARIPO Patent (GH, KE, LS, MW, SD, SZ, UG, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OAPI Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht

Mit internationalem Recherchenbericht.

(54) Title: REACTION CHAMBER SYSTEM FOR CHEMICAL SYNTHESIS OR RELATED APPLICATIONS

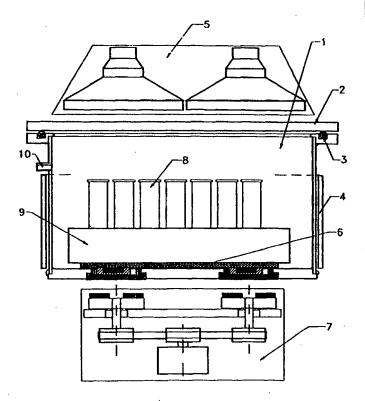
(54) Bezeichnung: REAKTIONSKAMMERSYSTEM FÜR DIE CHEMISCHE SYNTHESE ODER VERWANDTEANWENDUNGEN

(57) Abstract

In a reaction chamber is located a platform for receiving individual samples and sample racks. The reaction chamber can be heated, cooled and evacuated. The samples are then radiation heated. The sample platform is shaken by magnetic coupling. The individual sample containers/reaction containers may be filled or emptied in use through ducts. The system has applications in the field of chemical combinatory synthesis, as evaporator or for related applications.

(57) Zusammenfassung

In einer Reaktionskammer befindet sich eine Plattform zur Aufnahme einzelner Proben und Probenracks. Die Reaktionskammer kann geheizt, gekühlt und unter Vakuum gesetzt werden. Die Heizung der Proben erfolgt dann über Strahlung. Die Probenplattform wird mittels Magnetkopplung geschüttelt. Die einzelnen Probengefässe/Reaktionsgefässe können während des Betriebs über Leitungen gefüllt oder geleert werden. Das System findet Verwendung im Bereich der chemischen kombinatorischen Synthese, als Verdampfer oder für verwandte Anwendungen.



LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

			0	LS	Lesotho	SI	Slowenien
AL	Albanien	ES	Spanien	LT	Litanen	SK	Slowakei
AM	Armenica	И	Finnland				
AT	Österreich	FR	Prankreich	LU	Luxemburg	SN	Senegal
AU	Australien	GA	Gabon	LV	Lettland	SZ	Swasiland
AZ	Aserbaidschan	GB	Vereinigtes Königreich	MC	Monaco	TD	Techad
BA	Bosnien-Herzegowina	GE	Georgien	MD	Republik Moldau	TG	Togo
BB	Barbados	GH	Ghana	MG	Madagaskar	TJ	Tadschikistan
BE	Belgien	GN	Guinea	MK	Die ehemalige jugoslawische	TM	Turkmenistan
BF	Burkina Paso	GR	Griechenland		Republik Mazedonien	TR	Türkei
BG	Bulgarien	HU	Ungam	ML	Mali	TT	Trinidad und Tobago
BJ	Benin	IE	Irland	MN	Mongolei	UA	Ukrain e
BR	Brasilien	IL	Israel	MR	Mauretanien	UG	Uganda
BY	Belarus	IS	Island	MW	Malawi	US	Vereinigte Staaten von
CA	Kanada	IT	Italien	MX	Mexiko		Amerika
CF C	. Zentralafrikanische Republik	JP	Japan	NE	Niger	UZ	Usbekistan
CG	Kongo	KE	Kenia	NL	Niederlande	VN	Vietnam
СН	Schweiz	KG	Kirgisistan	NO	Norwegen	YU	Jugoslawien
СІ	Côte d'Ivoire	KP	Demokratische Volksrepublik	NZ	Neuseeland	zw	Zimbabwe
СМ	Kamerun		Korea	PL	Polen	•	
CN	China	KR	Republik Korea	PT	Portugal		
CU	Kuba	KZ.	Kasachstan	RO	Rumānien		
cz	Tschechische Republik	LC	St. Lucia	RU	Russische Föderation		
DE	Deutschland	u	Liechtenstein	SD	Sudan	•	
DK	Dänemark	LK	Sri Lanka	SE	Schweden		
ER	Estland	LR	Liberia	SG	Singapur		

WO 98/20965 PCT/CH97/00431

Reaktionskammersystem für die chemische Synthese oder verwandte Anwendungen

Einleitung

Die Erfindung betrifft ein Reaktionskammersystem, mit dem gleichzeitig mehrere flüssige oder in Flüssigkeit gelöste, aggressive oder gefährliche Proben bearbeitet werden können.

Bei der gleichzeitigen Bearbeitung von mehreren Proben treten Probleme auf, welche bisher noch nicht zufriedenstellend gelöst sind.

Aggressive oder gefährliche Proben werden meist einzeln abgearbeitet. Bekannte Systeme wie Vakuumzentrifugen bedürfen spezieller Probenracks und sind nur für einzelne Bearbeitungsschritte (z.B. Trocknen) geeignet. Dies ist mit einer Reihe von Nachteilen verbunden.

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein Reaktionskammersystem anzugeben, mit dem gleichzeitig mehrere Proben bearbeitet werden und mehrere Bearbeitungsschritte automatisch erfolgen können wie dies beispielsweise in der kombinatorischen chemischen Synthese benötigt wird.

Erfindungsgemäss wird dies gelöst durch ein Reaktionskammersystem der eingangs genannten Art, das sich auszeichnet durch eine Reaktionskammer mit einer Plattform zur Aufnahme einzelner Probengefässe, einen ausserhalb der Reaktionskammer angeordneten und mit der Plattform magnetisch gekoppelten Schüttelantrieb. Zweckmässigerweise ist die Reaktionskammer gegenüber den Proben resistent, sowie vakuum- und temperaturbeständig. Vorzugsweise sind ausserhalb der Kammer Heizstrahler zum Heizen der Proben angeordnet. Ausserdem sind vorzugsweise Mittel zum Füllen und Entleeren von Probengefässen während des Betriebs vorhanden.

Im Folgenden wird anhand der beiliegenden Zeichnungen ein bevorzugtes Ausführungsbeispiel der Erfindung beschrieben. Es zeigen

Fig. I: eine schematische Darstellung eines Reaktionkammersystems

Fig. II: Schüttelantriebsystem wie dies im System nach Fig. I zum Einsatz kommt

Fig. III: eine einzelne Magnetkopplungseinheit wie sie im System nach Fig. II zum Einsatz kommt.

Wie Fig. I zeigt, ist eine Reaktionskammer 1 von oben durch eine Glasplatte 2 verschlossen mit einer Dichtung 3 abgedichtet und durch eine Mantelheizung 4 geheizt. Zusätzlich kann der Innenraum der Reaktionskammer mit einem Infrarotstrahler 5 geheizt werden. Eine Schüttelplatte 6 in der Reaktionskammer 1 wird mit einem Schüttelantrieb 7 getrieben. Der Aufbau des Schüttelantriebs ist in Fig. II und III detailliert gezeigt. Probengefässe 8 werden in einem Probenrack 9 positioniert und auf der Schüttelplatte 6 montiert. Alternativ können Probenrack 9 und die Schüttelplatte 6 aus einer Einheit bestehen. Ueber Anschlüsse 10 können elektrische-, Entlastungs-, Gas-, Vakuum-, Lösungsmittel-, Reagenzien- und Sensor-Leitungen in die Reaktionskammer 1 geführt werden. Die Anschlüsse 10 und die Mantelheizung 4 sind in Fig. I grob schematisch gezeigt. Selbstverständlich sind sie gemäss dem Stand der Technik ausgebildet. Auch die Dichtung 3, die Glasplatte 2 sowie der Infrarotstrahler 5 werden nicht näher beschrieben weil sie entsprechend dem einschlägigen Stand der Technik ausgeführt sind.

Wie Fig. II zeigt, ist die Schüttelplatte 6 mit Lagerzapfen 11 fest verbunden. Im Boden 13 der Reaktionskammerboden sitzen Lagerschalen 12. Unterhalb der Lagerschalen 12 ist die Reaktionskammer 1 durch die Glaseinsätze 14 verschlossen. Der Schüttelantrieb 7 mit Treibern 16 befindet sich ausserhalb der Reaktionskammer 1 und wird von einem Motor 15 angetrieben.

Die an der Schüttelstelle 6 montierten Lagerzapfen 11 stehen in den Lagerschalen 12. Pro Schüttelplatte 6 werden mindestens drei Lagerzapfen 11 mit entsprechenden Lagerschalen 12 benötigt. Die Auslenkung der Schüttelbewegung ist durch die Durchmesserdifferenz, um die der Lagerzapfen 11 kleiner ist, als der Innendurchmesser der Lagerschale 12, gegeben. Die Schüttelplatte 6 beschreibt somit eine Kreisbewegung. Um eine hohe Schüttelfrequenz

erreichen zu können sind die elektrischen nicht leitenden Glaseinsätze 14 in dem sonst metallischen Reaktionskammerboden 13 eingesetzt, damit keine Bremswirkung durch Wirbelströme erfolgt. Treibermagnete 18/19 berühren die Glaseinsätze 14 nicht.

Wie Fig. III zeigt, ist ein Schüttlermagnet 20 im Lagerzapfen 11 eingeschlossen und dadurch mit der Schüttelplatte 6 fest verbunden. Die Lagerschale 12 und der Glaseinsatz 14 sitzen im Reaktionskammerboden 13 zwischen den Treibermagneten 18/19 und dem Schüttelmagnet 20.

Der Schüttelmagnet 20 wird, bedingt durch die Wahl der Polarisierung, vom Treibermagnet 18 angezogen und vom Treibermagnet 19 abgestossen.

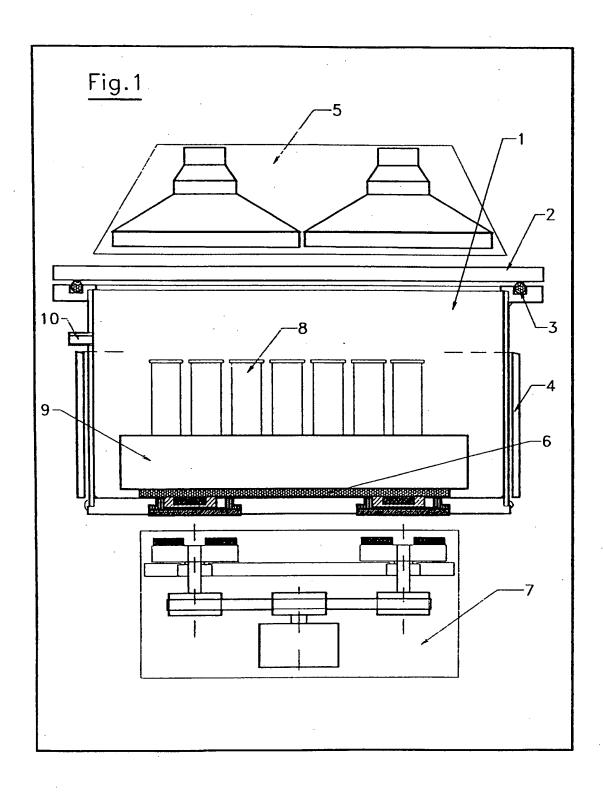
Die Reibung auf der Grundfläche in der Lagerschale 12 und der Stirnseite des Lagerzapfens 11 ist abhängig von der zu schüttelnden Gesamtmasse und der Magnetkraft.

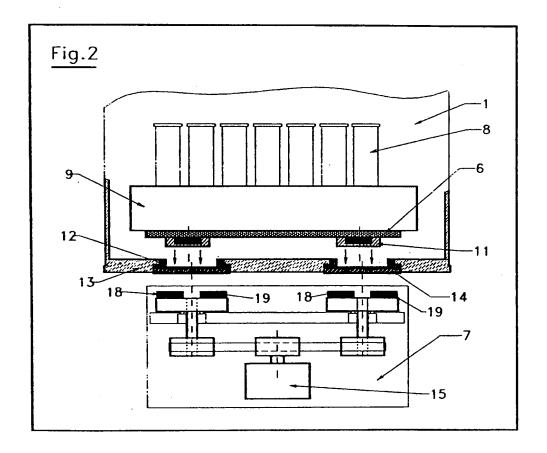
Mit zunehmender Drehzahl der Treibermagneten 18/19 wird der Schüttelmagnet 20 nachgezogen. Er befindet sich nicht mehr in der optimalen Position über dem anziehenden Treibermagnet 18. Als Folge kommt der Schüttelmagnet 20 dem abstossenden Treibermagneten 19 näher. Dadurch verringert sich die Reibung in der Lagerschale 12, was die Erhöhung der Tourenzahl begünstigt.

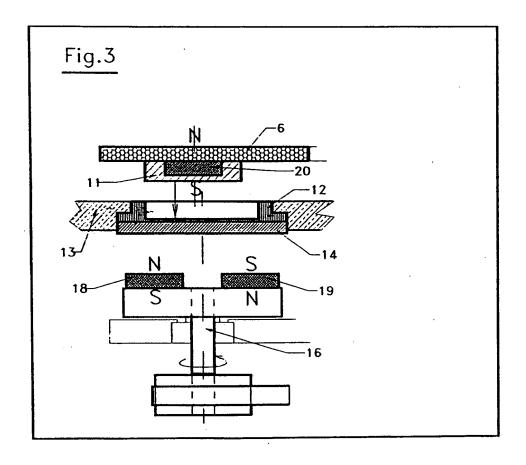
Patentansprüche

- 1. Reaktionskammersystem zur gleichzeitigen Bearbeitung mehrerer flüssiger oder in Flüssigkeit gelöster, aggressiver oder gefährlicher Proben, gekennzeichnet durch eine Reaktionskammer (1) mit einer Plattform (6) zur Aufnahme einzelner Probengefässe (8), einen ausserhalb der Reaktionskammer angeordneten und mit der Plattform magnetisch gekoppelten Schüttelantrieb (12, 15-19).
- Reaktionskammersystem nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Kammer (1) gegenüber aggressiven Proben resistent, sowie vakuum- und temperaturbeständig ist.
- 3. Reaktionskammersystem nach Anspruch 1, gekennzeichnet durch ausserhalb der Kammer (1) angeordnete Heizstrahler.
- 4. Reaktionskammersystem nach Anspruch 1, gekennzeichnet durch Leitungsanschlüsse (10) zum Füllen und Entleeren der Probengefasse (8) während des Betriebes.
- 5. Reaktionskammersystem nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Schüttelantrieb mehrere rotierende synchronlaufende Treiber (16) mit Treibermagneten (18/19) aufweist und dass die Plattform (6) mit fixierten Lagerzapfen (11) mit integrierten Schüttelmagneten (20) versehen ist.
- Reaktionskammersystem nach Anspruch 1, gekennzeichnet durch elektrisch nicht leitende Einsätze (14), die die Wirbelstrombremswirkung im Magnetkopplungsbereich verhindern.
- 7. Reaktionskammersystem nach Anspruch 1, gekennzeichnet durch einen den Schüttelmagneten (20) abstossenden Treibermagneten (19) zur Minderung der Reibung bei steigender Schüttelgeschwindigkeit.
- 8. Reaktionskammer nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass eine Plattform (6) ohne mechanische Verriegelung eingesetzt wird.

Verwendung eines Systems nach einem der Ansprüche 1 - 8, gekennzeichnet durch den Einsatz im Bereich der chemischen kombinatorischen Synthese, als Verdampfer oder für verwandte Anwendungen.







INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Inte ..ional Application No PCT/CH 97/00431

		<u>_ '</u>	C1/CH 9//00431
A. CLASSII IPC 6	FICATION OF SUBJECT MATTER B01J19/00 B01F13/08		
According to	o International Patent Classification(IPC) or to both national classific	eation and IPC	
	SEARCHED		
Minimum do IPC 6	cumentation searched (classification system followed by classificat $B01J - B01F$	lon symbols)	
Documentati	ion searched other than minimum documentation to the extent that	such documents are included	d in the fields searched
Electronic da	ata base consulted during the international search (name of data ba	ase and, where practical, se	arch terms used)
C DOCUM	ENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category ·	Citation of document, with indication, where appropriate, of the re	lovant nassanes	Relevant to claim No.
Jacquiy	опшен от чествень минянивации, жиете аругориале. От им те	oran puosagos	rione value to cigniti 140.
Α	US 4 925 629 A (WILFRIED SCHRAMM 1990 see abstract see column 4, line 45 - column 5 see figure 2		1,8,9
A	US 3 622 128 A (HANS GEISNER) 23 1971 see the whole document	November	1,2,5-8
A	DE 37 23 004 A (BOEHRINGER INGEL 26 January 1989 see abstract see column 3, line 40 - line 46 see column 3, line 61 - column 4 see figures		1,2,4,8,
		-/	
X Furti	her documents are listed in the continuation of box C.	Patent family me	mbers are tisted in annex.
"A" docume consider a docume of filing of the docume which citation other to	ent which may throw doubts on priority claim(s) or is cited to establish the publication date of another in or other special reason (as specified) ent referring to an oral disclosure, use. exhibition or means	or priority date and n cited to understand t invention "X" document of particula cannot be considere involve an inventive "Y" document of particula cannot be considere document is combine	hed after the international filing date to un conflict with the application but the principle or theory underlying the underlying the underlying the considered to step when the document is taken alone underlying the claimed invention d to involve an inventive step when the ed with one or more other such doculation being obvious to a person skilled
	ent published prior to the international filing date but han the priority date claimed	"&" document member of	the same patent family
	actual completion of theinternational search February 1998	Date of mailing of the	international search report
Name and I	mailing address of the ISA European Patent Office. P.B. 5818 Patentlaan 2 NL – 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl. Fax: (+31-70) 340-3016	Authorized officer Stevnsbo	rg, N

- 1

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Int. Jonal Application No PCT/CH 97/00431

		FCI/CH 9/	, , , , , , , , , , , , , , , , , , , ,
	ation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		Relevant to claim No.
Category ·	Citation of document, with indication, where appropriate. of the relevant passages		тыючан и Сіані (40,
Α	WO 96 33010 A (ONTOGEN CORPORATION) 24 October 1996 see abstract see page 25, line 11 - line 30 see figures 1,13		1,3,8,9
Α	US 5 302 347 A (F.M. VAN DEN BERG & H.H. VOLKENS) 12 April 1994 see abstract; figure		. 3

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

int. .donal Application No PCT/CH 97/00431

Patent document cited in search report.		-	Publication date	Patent family member(s)		Publication date
US	4925629	Α	15-05-90	NON	E	
 US	3622128	A	23-11-71	CH	513060 A	30-09-71
			•	DE	2041618 A	25-02-71
				FR	2059639 A	04-06-71
				GB	1257588 A	22-12-71
				SE	357444 B	25-06-73
				US	2516655 A	25-07-50
			• .	US	2774803 A	18-12-56
				US	3088716 A	07-05-63
DE	3723004	Α	26-01-89	DE	8717464 U	29-12-88
 WO	9633010		24-10-96	US	5609826 A	11-03-97
				AU	5486996 A	07-11-96
				EP	0821619 A	04-02-98
 US	5302347	Α	12-04-94	NL	9000481 A	16-09-91
				AU	7493091 A	18-09-91
				. EP	0539375 A	05-05-93
				JP	5503466 T	10-06-93
				MO	9112888 A	05-09-91

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Im .tionales Aktenzcichen
PCT/CH 97/00431

		FC1/CH 9/	700431
a. klassii IPK 6	FIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES B01J19/00 B01F13/08		
	ternationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klass	ifikation and derIPK	
	RCHIERTE GEBIETE ter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole	9)	
IPK 6	B01J B01F		
Recherchier	rte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, sow	reit diese unter die recherchierten Gebiete	a fallen
Während de	er internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Na	ime der Datenbank und evti. verwendete	Suchbegriffe)
CALCWE	SENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN		
Kategorie	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe	der in Setracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	US 4 925 629 A (WILFRIED SCHRAMM) 1990	15.Mai	1,8,9
	siehe Zusammenfassung siehe Spalte 4, Zeile 45 – Spalte 34	5, Zeile	
	siehe Abbildung 2		
Α	US 3 622 128 A (HANS GEISNER) 23. 1971	November	1,2,5-8
	siehe das ganze Dokument	·	·
A	DE 37 23 004 A (BOEHRINGER INGELH 26.Januar 1989	EIM KG)	1,2,4,8,
	siehe Zusammenfassung siehe Spalte 3, Zeile 40 - Zeile	16	
	siehe Spalte 3, Zeile 61 - Spalte 60	4, Zeile	
	siehe Abbildungen		
	-	/	
	itere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu nehmen	X Siehe Anhang Patenttamilie	
"A" Veröffe aber i	entlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert. nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist	"T" Spätere Veröffentlichung, die nach de oder dem Prioritätsdatum veröffentlik Anmeldung nicht kollidiert, sondern r Erfindung zugrundeliegenden Prinzi	cht worden ist und mit der nur zum Verständnis des der
Anme "L" Veröffe schei	entlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft er- nen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer	Theorie ängegeben ist "X" Veröffentlichung von besonderer Bed kann allein aufgrund dieser Veröffen erfinderischer Tätigkeit beruhend be	tlichung nicht als neu oder auf trachtet werden
ander soll o ausgr	ren im Rocherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden der die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie eführt)	kann nicht als auf erfinderischer Täti werden, wenn die Veröffentlichung r	gkeit beruhend betrachtet niteiner oder mehreren anderen
enie "P" Veröffe	entlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung. Bonutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht entlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist	Veröffentlichungen dieser Kategorie diese Verbindung für einen Fachma "&" Veröffentlichung, die Mitglied derselb	nn naheliegend ist
	Abschlusses der internationalen Recherche	Absendedatum des internationalen l	Recherchenberichts
4	4.Februar 1998	12/02/1998	
Name und	Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL – 2280 HV Rijswijk	Bevollmächtigter Bediensteter	
	NL - 2200 TV HISWIK Tel. (+31-70) 340-2040. Tx. 31 651 epo nl. Fax: (+31-70) 340-3016	Stevnsborg, N	

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Int itionales Aktenzeichen
PCT/CH 97/00431

Categorie*	ung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	WO 96 33010 A (ONTOGEN CORPORATION) 24.Oktober 1996 siehe Zusammenfassung siehe Seite 25, Zeile 11 - Zeile 30 siehe Abbildungen 1,13	1,3,8,9
A	US 5 302 347 A (F.M. VAN DEN BERG & H.H. VOLKENS) 12.April 1994 siehe Zusammenfassung; Abbildung	3
		·
	-	

1

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Ints onales Aktenzeichen
PCT/CH 97/00431

Im Recherchenbericht ngeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung	
US 4925629 A	15-05-90	KEINE		
US 3622128 A	23-11-71	CH 513060 A	3009-71	
		DE 2041618 A	25-02-71	
		FR 2059639 A	04-06-71	
		GB 1257588 A	22-12-71	
		SE 357444 B	25-06-73	
		US 2516655 A	25-07-50	
		US 2774803 A	18-12-56	
		US 3088716 A	07-05-63	
DE 3723004 A	26-01-89	DE 8717464 U	29-12-88	
WO 9633010 A	24-10-96	US 5609826 A	11-03-97	
	_, _,	AU 5486996 A	07-11-96	
		EP 0821619 A	04-02-98	
US 5302347 A	12-04-94	NL 9000481 A	16-09-91	
00 0002047 77		AU 7493091 A	18-09-91	
		EP 0539375 A	05-05-93	
		JP 5503466 T	10-06-93	
	•	WO 9112888 A	05-09-91	